
ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EASC)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ

202

(проект, RU,
первая редакция)

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения массовой доли фруктового сырья

Часть 3

Количественное определение фруктового сырья

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом кондитерской промышленности – филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ВНИИКП – филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от №)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

Содержание

1 Область применения	
2 Нормативные ссылки	
3 Условия проведения измерений	
4 Требования безопасности	
5 Требования к квалификации оператора	
6 Отбор и подготовка проб	
7 Определение массовой доли органических кислот методом капиллярного электрофореза с фотометрическим детектированием	
8 Определение массовой доли макроэлементов методом капиллярного электрофореза с фотометрическим детектированием	
9 Расчет массовой доли фруктового сырья	
Приложение А (справочное) Пример типовой электрофореграммы градуировочного раствора органических кислот	
Приложение Б (справочное) Пример типовой электрофореграммы градуировочного раствора смеси макроэлементов.....	

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения массовой доли фруктового сырья

Часть 3

Количественное определение фруктового сырья

Confectionery.

Methods for determination of mass fraction of fruit raw materials.

Part 3. Quantification of raw fruit

Дата введения –

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия, изготовленные с использованием фруктового, ягодного или фруктово-ягодного сырья, и устанавливает методы определения массовой доли органических кислот и макроэлементов с использованием капиллярного электрофореза с фотометрическим детектором и расчет массовой доли фруктового сырья.

Метод может быть применен для определения массовой доли органических кислот в диапазоне измерений от 0,05 до 1,0% и макроэлементов в следующих диапазонах:

- для калия – 0,005 – 0,5 %;
- для магния – 0,002 – 0,2 %;
- для натрия – 0,003 – 0,3 %;
- для кальция – 0,004 – 0,3 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770 (ИСО 1042, ИСО 4788) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 (СТ СЭВ 4276) Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5904 Изделия кондитерские. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10521 Реактивы. Кислота бензойная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха(20 ± 5) °С;
- атмосферное давление93,3 – 107 кПа;
- относительная влажность воздуха не более 75 %;
- напряжение в сети(220 ± 10) В.

4 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, требования пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018, а также требования, изложенные в технической документации на применяемые средства измерений и вспомогательное оборудование.

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускается специалист, имеющий опыт работы в химической лаборатории, освоивший метод и прошедший инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами и пожарной безопасности.

6 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб – по ГОСТ 5904.

7 Определение массовой доли органических кислот методом капиллярного электрофореза с фотометрическим детектированием

7.1 Сущность метода

Метод определения массовой доли органических кислот с использованием капиллярного электрофореза основан на миграции и разделении анионных форм анализируемых компонентов под действием электрического поля вследствие их различной электрофоретической подвижности.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Система капиллярного электрофореза с положительной полярностью источника высокого напряжения, оснащенная кварцевым капилляром (эффективная длина не менее 50 см), фотометрическим детектором, позволяющим регистрировать оптическое поглощение в диапазоне длин волн от 210 до 280 нм.

Весы утвержденного типа, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,2$ мг.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 класса точности I с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,001$ г.

pH-метр с диапазоном измерений pH от 1 до 14 ед. pH с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ ед. pH.

Центрифуга лабораторная медицинская со скоростью вращения не менее 3000 об/мин.

Баня ультразвуковая, обеспечивающая поддержание температуры до 80°C.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры до 100 °C с погрешностью не более ± 2 °C.

Термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерений (0-100) °C с ценой деления 1 °C, с пределом допускаемой погрешности ± 2 °C по ГОСТ 28498.

Аквадистиллятор.

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

Плитка электрическая закрытого типа, обеспечивающая нагрев в диапазоне температуры от 120 °С до 200 °С по ГОСТ 14919.

Дозаторы пипеточные переменного объема дозирования 1-5 см³ с относительной погрешностью дозирования $\pm 1\%$ с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Дозаторы пипеточные переменного объема дозирования 0,1-1 см³ с относительной погрешностью дозирования $\pm 0,5\%$ с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Дозаторы пипеточные переменного объема дозирования 0,005-0,05 см³ с относительной погрешностью дозирования $\pm 1\%$ с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Пипетки градуированные номинальной вместимостью 1, 5 и 10 см³ по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2-50-1, 2-100-1 и 2-1000-1 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 3-500, 1-250 или 3-250, 3-25 и 3-50 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-10 ТС, В-1- 50 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки ВФ-1-56 ХС по ГОСТ 25336.

Пробирки Эппендорф объемом 1,5 см³.

Виалы стеклянные объемом 30 см³ с герметично закрывающимися пластиковыми винтовыми крышками.

Пробирки центрифужные из полипропилена объемом 50 см³ с винтовыми крышками.

Фильтры мембранные с порами диаметром не более 0,45 мкм.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные.

Ступка фарфоровая диаметром не более 70 мм с пестиком по ГОСТ 9147.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота бензойная, ч.д.а. по ГОСТ 10521.

Этилендиаминтетрауксусная кислота, массовая доля основного вещества не менее 99,0% (C₁₀H₁₆N₂O₈).

Диэтаноламин, массовая доля основного вещества не менее 99,7% (C₄H₁₁NO₂).

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

Цетилтриметиламмония бромид, массовая доля основного вещества не менее 99,8% ($C_{19}H_{42}BrN$).

Натрия гидроокись, х.ч. по ГОСТ 4328.

Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118.

Лимонная кислота, массовая доля основного вещества не менее 99,5%.

Щавелевая кислота, массовая доля основного вещества не менее 99,0% ($C_2H_2O_4$).

Винная кислота, массовая доля основного вещества не менее 99,5% ($C_4H_6O_6$).

Яблочная кислота, массовая доля основного вещества не менее 99,0% ($C_4H_6O_5$).

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов, по качеству не ниже указанных.

7.3 Подготовка к проведению измерений

7.3.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией $c(NaOH) = 0,5$ моль/дм³ для промывания капилляра

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 400–500 см³ дистиллированной воды, при перемешивании добавляют 20,0 г гидроокиси натрия. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала – не более 6 мес.

7.3.2 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрацией $c(HCl) = 0,5$ моль/дм³ для промывания капилляра

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 400–500 см³ дистиллированной воды, добавляют 40 см³ соляной кислоты и перемешивают. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора – не ограничен.

7.3.3 Приготовление компонентов для буферного раствора

7.3.3.1 Приготовление раствора бензойной кислоты молярной концентрацией 20 ммоль/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,244 г бензойной кислоты, добавляют 50 см³ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения при нагревании на водяной бане, доводят объем до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при температуре от 2 до 8°C – не более 1 мес.

7.3.3.2 Приготовление раствора диэтанолamina молярной концентрацией 20 ммоль/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,21 г диэтанолamina, добавляют 50 см³ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения, доводят объем до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при комнатной температуре – не более 2 мес.

7.3.3.3 Приготовление раствора цетилтриметиламмония бромида молярной концентрацией 20 ммоль/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,73 г цетилтриметиламмония бромида, добавляют 50 см³ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения при нагревании на водяной бане, доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор готовят перед использованием.

7.3.3.4 Приготовление раствора этилендиаминтетрауксусной кислоты молярной концентрацией 4 ммоль/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,117 г этилендиаминтетрауксусной кислоты, добавляют 50 см³ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения при нагревании на водяной бане, доводят объем до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при комнатной температуре – не более 6 мес.

7.3.4 Приготовление буферного раствора.

Для приготовления 20 см³ буферного раствора в сухой емкости смешивают 10 см³ раствора бензойной кислоты по 7.3.3.1, 9 см³ раствора диэтанолamina по 7.3.3.2, 0,5 см³ раствора цетилтриметиламмония бромида по 7.3.3.3 и 0,5 см³

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

раствора этилендиаминтетрауксусной кислоты по 7.3.3.4 и перемешивают. Затем полученный буферный раствор фильтруют через мембранный фильтр в центрифужную пробирку, центрифугируют в течение 10 мин при скорости 2900 об/мин, после чего контролируют рН на рН-метре.

Готовый буферный раствор должен иметь значение рН = $(5,60 \pm 0,02)$ ед. рН.

Примечание – Допускается доводить значение рН до требуемой величины.

Раствор готовят в объеме, необходимом и достаточном для проведения работ в течение одного рабочего дня.

Буферный раствор можно использовать для выполнения не более трех измерений. После проведения трех измерений буферный раствор в пробирке Эппендорф заменяют на новую порцию раствора.

Примечание – Приготовленный буферный раствор содержит 10 ммоль/дм³ бензойной кислоты, 9 ммоль/дм³ диэтанолamina, 0,5 ммоль/дм³ цетилтриметиламмония бромида и 0,1 ммоль/дм³ этилендиаминтетрауксусной кислоты в 1 дм³.

7.3.5 Приготовление основных растворов органических кислот

7.3.5.1 Приготовление основного раствора щавелевой кислоты массовой концентрацией 100 мг/дм³

Взвешивают 10 мг щавелевой кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 50–60 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Полученный основной раствор фильтруют через мембранный фильтр и дегазируют на центрифуге в течение 10 мин при 2900 об/мин.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С – не более 1 мес.

7.3.5.2 Приготовление основного раствора винной кислоты концентрацией 100 мг/дм³

Взвешивают 10 мг винной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 50–60 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Полученный основной раствор фильтруют через мембранный фильтр и дегазируют на центрифуге в течение 10 мин при 2900 об/мин.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С – не более 1 мес.

7.3.5.3 Приготовление основного раствора яблочной кислоты массовой концентрацией 100 мг/дм³

Взвешивают 10 мг яблочной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 50-60 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Полученный основной раствор фильтруют через мембранный фильтр и дегазируют на центрифуге в течение 10 мин при 2900 об/мин.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С – не более 1 мес.

7.3.5.4 Приготовление основного раствора лимонной кислоты концентрацией 100 мг/дм³.

Взвешивают 10 мг лимонной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 50-60 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Полученный основной раствор фильтруют через мембранный фильтр и дегазируют на центрифуге в течение 10 мин при 2900 об/мин.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С – не более 1 мес.

7.3.6 Приготовление градуировочных растворов органических кислот

7.3.6.1 Градуировочный раствор смеси органических кислот массовой концентрацией каждой кислоты 2 мг/дм³

В пробирку Эппендорф вместимостью 1,5 см³ с помощью пипеточного дозатора вносят по 20 мм³ основных растворов щавелевой (см. 7.3.5.1), винной (см. 7.3.5.2), яблочной (см. 7.3.5.3) и лимонной (см. 7.3.5.4) кислот и 920 мм³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают.

Раствор готовят перед использованием.

7.3.6.2 Градуировочный раствор смеси органических кислот массовой концентрацией каждой кислоты 5 мг/дм³

В пробирку Эппендорф вместимостью 1,5 см³ с помощью пипеточного дозатора вносят по 50 мм³ основных растворов щавелевой (см. 7.3.5.1), винной (см. 7.3.5.2), яблочной (см. 7.3.5.3) и лимонной (см. 7.3.5.4) кислот и 800 мм³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают.

Раствор готовят перед использованием.

7.3.6.3 Градуировочный раствор смеси органических кислот массовой концентрацией каждой кислоты 10 мг/дм³

В пробирку Эппендорф вместимостью 1,5 см³ с помощью пипеточного дозатора вносят по 100 мм³ основных растворов щавелевой (см. 7.3.5.1), винной (см. 7.3.5.2), яблочной (см. 7.3.5.3) и лимонной (см. 7.3.5.4) кислот и 600 мм³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают.

Раствор готовят перед использованием.

7.3.6.4 Градуировочный раствор смеси органических кислот массовой концентрацией каждой кислоты 15 мг/дм³

В пробирку Эппендорф вместимостью 1,5 см³ с помощью пипеточного дозатора вносят по 150 мм³ основных растворов щавелевой (см. 7.3.5.1), винной (см. 7.3.5.2), яблочной (см. 7.3.5.3) и лимонной (см. 7.3.5.4) кислот и 400 мм³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают.

Раствор готовят перед использованием.

7.3.7 Подготовка пробы

Для кондитерских изделий (мармелада, жележных конфет, карамели с фруктовой начинкой, пастилы, зефира) предварительно готовят водный раствор.

Из средней пробы кондитерского изделия, отобранной в соответствии с разделом 6, а затем измельченной, берут навеску массой 1 г, взвешивают с записью до третьего десятичного знака, помещают в виалу вместимостью 30 см³, добавляют 25 см³ дистиллированной воды и взбалтывают до получения однородной суспензии. Плотно закрывают крышкой и помещают в ультразвуковую баню.

Если результат измерения не укладывается в диапазон содержания органических кислот, то следует взять массу навески, обеспечивающую результат в требуемом диапазоне.

Проводят экстракцию органических кислот на ультразвуковой бане:

- для пастильных изделий и зефира экстракцию кислот проводят при температуре 65 °С в течение 45 мин с целью осаждения белковых веществ;
- для остальных кондитерских изделий при температуре 40 °С в течение 30 мин.

Затем экстракты фильтруют сначала через бумажный фильтр, затем через мембранный фильтр в центрифужную пробирку и центрифугируют в течение 10 мин при скорости 2900 об/мин.

При определении органических кислот проводят два измерения в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1–2003 (подраздел 3.14).

7.4 Проведение измерений

7.4.1 Подготовка системы капиллярного электрофореза к измерениям

Для детектирования органических кислот используют косвенный метод при длине волны 235 нм. Капилляр с внутренним диаметром 75 мкм, общей длиной 60 см. Систему капиллярного электрофореза подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают следующие рабочие параметры:

- рабочее напряжение «минус 17 кВ»;
- рекомендуемая температура для анализа 25 °С;
- длительность анализа 7 мин;
- ввод пробы гидродинамический под давлением 30 мбар × 5 с.

Примечания:

Все растворы для системы капиллярного электрофореза должны быть профильтрованы через мембранный фильтр и дегазированы на центрифуге.

Допускается проведение исследований при других рабочих параметрах, обеспечивающих получение результатов измерений в диапазонах и с показателем точности и пределами повторяемости и воспроизводимости (таблица 1).

7.4.2 Подготовка капилляра

7.4.2.1 Подготовка нового капилляра

Подготовку нового капилляра к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации системы капиллярного электрофореза. При отсутствии в руководстве (инструкции) указаний к подготовке нового капилляра его последовательно промывают: дистиллированной водой – 10 мин, раствором

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

0,5 моль/дм³ соляной кислоты по 7.3.2 – 30 мин, дистиллированной водой – 10 мин, раствором 0,5 моль/дм³ гидроокиси натрия по 7.3.1 – 30 мин, дистиллированной водой – 10 мин и буферным раствором по 7.3.4 – 30 мин.

7.4.2.2 Подготовка капилляра к работе

Перед измерением подготавливают капилляр к работе, промывая его раствором 0,5 моль/дм³ гидроокиси натрия (см. 7.3.1) в течение 4 мин (давление ввода 1000 мбар), затем буферным раствором (см. 7.3.4) 6 мин (давление ввода 1000 мбар).

Капилляр промывают каждый раз при включении прибора.

7.4.2.3 Промывка капилляра между измерениями и в конце рабочего дня

Между измерениями капилляр промывают раствором 0,5 моль/дм³ гидроокиси натрия (см. 7.3.1) в течение 4 мин (давление ввода 1000 мбар), затем буферным раствором (см. 7.3.4) 6 мин (давление ввода 1000 мбар).

После завершения измерений капилляр последовательно промывают: дистиллированной водой – 2 мин, раствором 0,5 моль/дм³ соляной кислоты по 7.3.2 – 5 мин, дистиллированной водой – 5 мин, раствором 0,5 моль/дм³ гидроокиси натрия по 7.3.1 – 5 мин, дистиллированной водой – 5 мин и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки Эппендорф с дистиллированной водой.

П р и м е ч а н и е – При обнаружении на электрофореграммах дрейфа нулевой линии, ступеней и смещения времен миграции органических кислот рекомендуется:

- увеличить продолжительность промывания капилляра буферным раствором между измерениями;
- провести промывание капилляра буферным раствором при рабочем напряжении в течение 2-3 мин;
- заменить буферный раствор в пробирках Эппендорф на входе и на выходе свежими порциями.

7.4.2.4 Условия хранения капилляра

Если перерыв в работе составляет:

- не более 14 сут, то перед хранением капилляр последовательно промывают дистиллированной водой – 2 мин, раствором 0,5 моль/дм³ соляной кислоты по 7.3.2 – 5 мин, дистиллированной водой – 5 мин, раствором 0,5 моль/дм³ гидроокиси натрия по 7.3.1 – 5 мин, дистиллированной водой – 5 мин и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки Эппендорф с дистиллированной водой;

- более 14 сут, то перед хранением капилляр промывают последовательно дистиллированной водой – 2 мин, раствором 0,5 моль/дм³ соляной кислоты по 7.3.2 – 5 мин, дистиллированной водой – 5 мин, раствором 0,5 моль/дм³ гидроокиси натрия по 7.3.1 – 5 мин, дистиллированной водой в течение 10 мин, затем капилляр продувают воздухом в течение 10 мин. Хранят капилляр в сухом состоянии, при этом перед использованием капилляр подготавливают к работе по п. 7.4.2.1.

7.4.3 Градуировка прибора

7.4.3.1 Установление градуировочной характеристики

Градуировку прибора проводят, используя градуировочные растворы смеси органических кислот, приготовленные по 7.3.6, при заданных рабочих параметрах прибора по 7.4.1. При этом непосредственно перед измерениями подготавливают капилляр к работе по 7.4.2.2. Устанавливают в прибор градуировочные растворы органических кислот и анализируют их в порядке возрастания массовой концентрации. Для каждого градуировочного раствора регистрируют по две электрофореграммы. Пример электрофореграммы представлен на рис. 1 приложения А.

П р и м е ч а н и е – Если на электрофореграмме градуировочной смеси наблюдается плохое разделение органических кислот, то в буферный раствор необходимо добавить 30 мм³ раствора бензойной кислоты (см. 7.3.3.1). Необходимо добавлять раствор бензойной кислоты до получения электрофореграммы с хорошо поделившимися пиками.

Обрабатывают электрофореграммы согласно процедуре градуировки в соответствии с Руководством пользователя программного обеспечения прибора.

Устанавливают градуировочную характеристику в виде линейной зависимости оптического поглощения соответствующей кислоты от ее массовой концентрации в градуировочном растворе смеси кислот, которая должна проходить через 0.

Градуировочные характеристики признаются приемлемыми, если соблюдается следующее требование:

- коэффициент корреляции должен быть не менее 0,9.

При несоблюдении требования находят причины несоответствия и устраняют их, после чего градуировку прибора проводят повторно.

При замене капилляра, после проведения ремонта или длительного простоя прибора (более 14 сут), при смене партии хотя бы одного из компонентов буферного раствора, при изменении хотя бы одного из параметров или характеристик прибора

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

(см. 7.4.1), а также при получении неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики (п. 7.4.3.2) градуировку прибора проводят заново.

7.4.3.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Стабильность градуировочной характеристики контролируют перед началом анализа проб после промывания капилляра в соответствии с 7.4.2.2, используя в качестве контрольного образца градуировочный раствор, содержащий определяемые органические кислоты в концентрациях, соответствующих середине диапазонов градуировочных характеристик (7.3.6.3).

Контрольный образец анализируют при заданных параметрах прибора по 7.4.1. Используя градуировочную характеристику (см. 7.4.3.1) устанавливают значение массовой концентрации конкретной органической кислоты в контрольном образце C_k , мг/дм³.

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении условия

$$|C_k - C_0| \leq 0,01 \cdot G \cdot C_0, \quad (1)$$

где C_k – установленное значение массовой концентрации конкретной органической кислоты, мг/дм³;

C_0 – действительная массовая концентрация конкретной органической кислоты в контрольном растворе, использованном для контроля стабильности градуировочной характеристики, мг/дм³;

G – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, %, рассчитываемый по формуле

$$G = 0,8 \cdot \delta, \quad (2)$$

где δ – границы относительной погрешности, %, (см. таблицу 1).

7.4.4 Порядок выполнения измерений

7.4.4.1 Промывают капилляр в соответствии с требованиями 7.4.2.3.

7.4.4.2 Приготовленный водный экстракт пробы по 7.3.7 разводят в пробирке Эппендорф вместимостью 1,5 см³, для этого в пробирку Эппендорф пипеточным дозатором помещают 90 мм³ экстракта и 810 мм³ дистиллированной воды, перемешивают. У пробирки Эппендорф отрезают крышку. Пробирку помещают в систему капиллярного электрофореза и определяют массовую долю органических кислот на приборе при условиях, указанных в 7.4.1.

На полученной электрофореграмме проверяют правильность автоматической разметки пиков, и, если необходимо, корректируют её. Используя программное обеспечение, проводят идентификацию органических кислот в экстракте пробы по совпадению времен миграции органических кислот в экстракте пробы и градуировочной смеси при ширине окна идентификации 5 %.

Рассчитывают массовые концентрации обнаруженных органических кислот с использованием градуировочной характеристики, установленной по 7.4.3.1, с помощью программного обеспечения прибора, учитывая 10 кратное разбавление в пробирке Эппендорф.

7.4.4.3 При сомнении в идентификации кислоты используют метод добавок.

В пробирку Эппендорф с анализируемым водным экстрактом пробы пипеточным дозатором добавляют 100 мм³ основного раствора предполагаемой кислоты. Пробирку Эппендорф помещают в систему капиллярного электрофореза и проводят анализ при условиях, указанных в 7.4.1.

Если на полученной электрофореграмме высота пика увеличилась, то кислота идентифицирована правильно, если появился новый пик, то кислота идентифицирована неверно.

7.5 Обработка результатов

7.5.1 Массовую долю конкретной органической кислоты в изделиях С, %, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{C_{\text{э}} \cdot V}{m \cdot 10000} \quad , \quad (3)$$

где $C_{\text{э}}$ – массовая концентрация данной кислоты в водном экстракте пробы, мг/дм³;

V – объем воды, взятый для приготовления раствора анализируемой пробы, см³ ($V = 25 \text{ см}^3$);

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

m – масса анализируемой пробы, г;

10000 – коэффициент пересчета, учитывающий переход от содержания органических кислот в мг/дм³ к содержанию органических кислот в %.

7.5.2 Вычисления проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения массовой доли органических кислот в кондитерских изделиях принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$|C_1 - C_2| \leq 0,01 \cdot r_{отн} \cdot C_{cp} \quad , \quad (4)$$

где C_1 и C_2 – результаты двух параллельных определений, %;

$r_{отн}$ – предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 1, %;

C_{cp} - среднеарифметическое значение C_1 и C_2 , %.

7.5.3 Результат определения массовой доли органических кислот представляют в виде

$$(C_{cp} \pm \Delta) \% \text{ при } P = 0,95 \quad , \quad (5)$$

где C_{cp} – среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой доли органических кислот, %;

Δ – значение абсолютной погрешности определения массовой доли органических кислот, %, которое рассчитывается по формуле

$$\Delta = \delta \cdot 0,01 \cdot C_{cp} \quad , \quad (6)$$

где δ – границы относительной погрешности, %, (см. таблицу 1).

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности измерений, содержащее не более двух значащих цифр.

Настоящий метод выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений в диапазонах и с показателем точности и пределами повторяемости и воспроизводимости при $P = 0,95$, приведенными в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 - Метрологические характеристики определения массовой доли органических кислот

Диапазон измерений массовой доли органических кислот, %	Предел повторяемости (сходимости) ($n = 2$), $P = 0,95$, $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (сходимости) ($m = 2$), $P = 0,95$, $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности), $P = 0,95$, $\pm \delta$, %
0,05–1,0	13	20	14

7.6 Контроль точности результатов измерений

Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6–2003 (подраздел 6.2).

8 Определение массовой доли макроэлементов методом капиллярного электрофореза с фотометрическим детектированием

8.1 Сущность метода

Метод определения массовой доли макроэлементов с использованием капиллярного электрофореза основан на миграции и разделении катионов под действием электрического поля вследствие их различной электрофоретической подвижности.

8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Система капиллярного электрофореза с источником высокого напряжения положительной полярности, оснащенная кварцевым капилляром (эффективная длина не менее 50 см), фотометрическим детектором, позволяющим регистрировать оптическое поглощение в диапазоне длин волн от 210 до 280 нм.

Весы утвержденного типа, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,2$ мг.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 класса точности I с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,001$ г.

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

pH-метр с диапазоном измерений pH от 1 до 14 ед. pH с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ ед. pH.

Центрифуга лабораторная медицинская со скоростью вращения не менее 3000 об/мин.

Баня ультразвуковая, обеспечивающая поддержание температуры до 80°C.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры до 100 °С, с погрешностью не более ± 2 °С.

Термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерений (0–100) °С, с пределом допускаемой погрешности ± 2 °С по ГОСТ 28498.

Аквадистиллятор.

Плитка электрическая закрытого типа, обеспечивающая нагрев в диапазоне температуры от 120 °С до 200 °С по ГОСТ 14919.

Дозаторы пипеточные переменного объема дозирования 1–5 см³ с относительной погрешностью дозирования $\pm 1\%$ с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Дозаторы пипеточные переменного объема дозирования 0,1–1 см³ с относительной погрешностью дозирования $\pm 0,5\%$ с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Дозаторы пипеточные переменного объема дозирования 0,005–0,05 см³ с относительной погрешностью дозирования $\pm 1\%$ с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Пипетки градуированные номинальной вместимостью 1, 5 и 10 см³ по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2-100-1, 2-1000-1 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 3-500, 1-250 или 3-250, 3-25 и 3-50 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-10 ТС, В-1-50 ТС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные.

Воронки ВФ-1-56 ХС по ГОСТ 25336.

Пробирки Эппендорф объемом 1,5 см³.

Склянки стеклянные с широкой горловиной объемом 50 см³ с герметично закрывающимися винтовыми крышками.

Пробирки центрифужные из полипропилена объемом 50 см³ с винтовыми крышками.

Фильтры мембранные с порами диаметром не более 0,45 мкм.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные.

Ступка фарфоровая диаметром не более 70 мм с пестиком по ГОСТ 9147.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов катионов калия, кальция, магния, натрия массовой концентрации 1 г/дм³ с допускаемой относительной погрешностью аттестованного значения не более ± 2%. Для расчетов используется значение из паспорта изготовителя.

Натрия гидроокись, х.ч. по ГОСТ 4328.

Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118.

Кислота винная, массовая доля основного вещества не менее 99,5% (C₄H₆O₆).

18-Crown-6, (далее – 18-Краун-6), массовая доля основного вещества не менее 99,0% (C₁₂H₂₄NO₆).

Бензимидазол, ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 98,0% (C₇H₆N₂).

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов, по качеству не ниже указанных.

8.3 Подготовка к проведению измерений

8.3.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,5 моль/дм³ для промывания капилляра

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 400 – 500 см³ дистиллированной воды, при перемешивании добавляют 20,0 г гидроокиси натрия. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора – не более 6 мес.

8.3.2 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрацией 0,5 моль/дм³ для промывания капилляра

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 400 – 500 см³ дистиллированной воды, добавляют 40 см³ соляной кислоты и перемешивают. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора – не ограничен.

8.3.3 Приготовление компонентов для буферного раствора

8.3.3.1 Приготовление раствора бензимидазола молярной концентрацией 40 ммоль/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,473 г бензимидазола, добавляют 50 см³ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения, затем доводят дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

Срок хранения раствора – не более 3 мес.

8.3.3.2 Приготовление раствора винной кислоты молярной концентрацией 20 ммоль/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,30 г винной кислоты, добавляют 50 см³ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения, затем доводят дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С – не более 1 мес.

8.3.3.3 Приготовление раствора 18-Краун-6 молярной концентрацией 19,85 ммоль/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,525 г 18-Краун-6, добавляют 50 см³ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения, затем доводят дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С – не более 6 мес.

8.3.4 Приготовление буферного раствора

Для приготовления 20 см³ буферного раствора в сухую емкость приливают 5 см³ раствора бензимидазола (см. 8.3.3.1), 5 см³ раствора винной кислоты (см. 8.3.3.2), 2,0 см³ раствора 18-Краун-6 (см. 8.3.3.3) и 8,0 см³ дистиллированной

воды, перемешивают. Затем полученный буферный раствор фильтруют через мембранный фильтр в центрифужную пробирку, центрифугируют в течение 10 мин при скорости 2900 об/мин.

Буферный раствор должен иметь значение $pH = 5,05 \pm 0,05$.

П р и м е ч а н и е – Допускается доводить значение pH до требуемой величины.

Раствор готовят в объеме, необходимом и достаточном для проведения работ в течение одного рабочего дня.

Буферный раствор можно использовать для выполнения не более пяти измерений. После проведения пяти измерений буферный раствор в пробирке Эппендорф заменяют на новую порцию раствора.

П р и м е ч а н и е – Приготовленный буферный раствор содержит 10 ммоль/дм³ бензимидазола, 5 ммоль/дм³ винной кислоты, 2 ммоль/дм³ 18-Краун-6 в 1 дм³.

8.3.5 Приготовление градуировочных растворов смеси макроэлементов

8.3.5.1. Приготовление градуировочного раствора смеси макроэлементов калия, натрия, кальция массовой концентрацией по 50 мг/дм³ и магния массовой концентрацией 25 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой по 5 см³ ГСО калия, натрия, кальция и 2,5 см³ ГСО магния, доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытых емкостях из полимерного материала при температуре от 2 °С до 8 °С – не более 3 месяцев.

8.3.5.2 Приготовление градуировочного раствора смеси макроэлементов калия, натрия, кальция массовой концентрацией по 0,5 мг/дм³ и магния массовой концентрацией 0,25 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 1 см³ градуировочного раствора смеси макроэлементов (см. 8.3.5.1), доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытых емкостях из полимерного материала при температуре от 2 °С до 8 °С – не более 7 сут.

8.3.5.3. Приготовление градуировочного раствора смеси макроэлементов калия, натрия, кальция массовой концентрацией по 2,0 мг/дм³ и магния массовой концентрацией 1,0 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 4 см³ градуировочного раствора смеси макроэлементов (см. 8.3.5.1), доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытых емкостях из полимерного материала при температуре от 2 °С до 8 °С – не более 7 сут.

8.3.5.4. Приготовление градуировочного раствора смеси макроэлементов калия, натрия, кальция массовой концентрацией по 5,0 мг/дм³ и магния массовой концентрацией 2,5 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 10 см³ градуировочного раствора смеси макроэлементов (см. 8.3.5.1), доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытых емкостях из полимерного материала при температуре от 2 °С до 8 °С – не более 21 сут.

8.3.5.5. Приготовление градуировочного раствора смеси макроэлементов калия, натрия, кальция массовой концентрацией по 20 мг/дм³ и магния массовой концентрацией 10 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 40 см³ градуировочного раствора смеси макроэлементов (см. 8.3.5.1), доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытых емкостях из полимерного материала при температуре от 2 °С до 8 °С – не более 21 сут.

8.3.6 Подготовка пробы

Для кондитерских изделий (мармелад, желейные конфеты, карамель с фруктовой начинкой, пастила, зефир) готовят водный раствор.

Из средней пробы кондитерского изделия, отобранной в соответствии с разделом 6, а затем измельченной, берут навеску массой 1 г, взвешивают с записью до третьего десятичного знака и помещают в стеклянную склянку вместимостью 50 см³. Затем добавляют 50 см³ дистиллированной воды и

взбалтывают до получения однородной суспензии. Плотнo закрывают крышкой и помещают в ультразвуковую баню.

Если результат измерения не укладывается в диапазон содержания макроэлементов, то следует взять массу навески, обеспечивающую результат в требуемом диапазоне.

Экстракцию макроэлементов проводят на ультразвуковой бане:

- для пастильных изделий и зефира при температуре 65 °С в течение 45 мин с целью осаждения белковых веществ;

- для остальных кондитерских изделий при температуре 40 °С в течение 45 мин.

Затем экстракты фильтруют сначала через бумажный фильтр, затем через мембранный фильтр в центрифужную пробирку и центрифугируют в течение 10 мин при скорости 2900 об/мин.

При определении макроэлементов проводят два измерения в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1–2003 (подраздел 3.14).

8.4 Проведение измерений

8.4.1 Подготовка системы капиллярного электрофореза к измерениям

Для детектирования макроэлементов используют косвенный метод при длине волны 254 нм. Капилляр с внутренним диаметром 75 мкм, общей длиной 60 см. Систему капиллярного электрофореза подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают следующие рабочие параметры:

- рабочее напряжение 13 кВ;
- рекомендуемая температура для анализа 21 °С;
- длительность анализа 12 мин.;
- ввод пробы гидродинамический под давлением 30 мбар × 5с.

П р и м е ч а н и я:

1. Все растворы для системы капиллярного электрофореза должны быть профильтрованы через мембранный фильтр и дегазированы на центрифуге.

2. Допускается проведение исследований при других рабочих параметрах, обеспечивающих получение результатов измерений в диапазонах и с показателем точности и пределами повторяемости и воспроизводимости (таблица 2).

8.4.2 Подготовка капилляра

8.4.2.1 Подготовка нового капилляра

Подготовку нового капилляра к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора. При отсутствии в руководстве (инструкции) указаний к подготовке нового капилляра его последовательно промывают дистиллированной водой в течение 10 мин, раствором 0,5 моль/дм³ соляной кислоты (см. 8.3.2) в течение 30 мин, дистиллированной водой в течение 10 мин, раствором 0,5 моль/дм³ гидроокиси натрия (см. 8.3.1) в течение 30 мин, дистиллированной водой в течение 10 мин и буферным раствором (см. 8.3.4) в течение 30 мин.

8.4.2.2 Подготовка капилляра к работе

Перед измерением подготавливают капилляр к работе, промывая его раствором 0,5 моль/дм³ гидроокиси натрия (см. 8.3.1) в течение 5 мин (давление ввода 1000 мбар), дистиллированной водой в течение 5 мин (давление ввода 1000 мбар), затем буферным раствором (см. 8.3.4) в течение 8 мин (давление ввода 1000 мбар).

Капилляр промывают каждый раз при включении прибора.

8.4.2.3 Промывка капилляра между измерениями и в конце рабочего дня

Между измерениями капилляр промывают раствором 0,5 моль/дм³ гидроокиси натрия (см. 8.3.1) в течение 5 мин (давление ввода 1000 мбар), дистиллированной водой в течение 5 мин (давление ввода 1000 мбар), затем буферным раствором (см. 8.3.4) в течение 8 мин (давление ввода 1000 мбар).

После завершения измерений капилляр последовательно промывают: дистиллированной водой - 2 мин, раствором 0,5 моль/дм³ соляной кислоты по 8.3.2 - 5 мин, дистиллированной водой - 5 мин, раствором 0,5 моль/дм³ гидроокиси натрия по 8.3.1 - 5 мин, дистиллированной водой - 5 мин и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки Эппендорф с дистиллированной водой.

П р и м е ч а н и е – При обнаружении на электрофореграммах дрейфа нулевой линии, ступеней и смещения времен миграции макроэлементов рекомендуется:

-увеличить продолжительность промывания капилляра буферным раствором между измерениями;

-провести промывание капилляра буферным раствором при рабочем напряжении в течении 2-3 мин;

-заменить буферный раствор в пробирках Эппендорф на входе и на выходе свежими порциями.

8.4.2.4 Условия хранения капилляра

Если перерыв в работе составляет:

- не более 14 сут, то перед хранением капилляр последовательно промывают дистиллированной водой – 2 мин, раствором 0,5 моль/дм³ соляной кислоты по 8.3.2 – 5 мин, дистиллированной водой – 5 мин, раствором 0,5 моль/дм³ гидроокиси натрия по 8.3.1 – 5 мин, дистиллированной водой – 5 мин и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки Эппендорф с дистиллированной водой;

- более 14 сут, то перед хранением капилляр промывают последовательно дистиллированной водой – 2 мин, раствором 0,5 моль/дм³ соляной кислоты по 8.3.2 – 5 мин, дистиллированной водой – 5 мин, раствором 0,5 моль/дм³ гидроокиси натрия по 8.3.1 – 5 мин, дистиллированной водой в течение 10 мин, затем капилляр продувают воздухом в течение 10 мин. Хранят капилляр в сухом состоянии, при этом перед использованием капилляр подготавливают к работе по п. 8.4.2.1.

8.4.3 Градуировка прибора

8.4.3.1 Установление градуировочной характеристики

Градуировку прибора проводят, используя градуировочные растворы смеси макроэлементов, приготовленные по 8.3.5, при заданных рабочих параметрах прибора по 8.4.1. При этом непосредственно перед измерениями подготавливают капилляр к работе по 8.4.2.2. Устанавливают в прибор градуировочные растворы смеси макроэлементов и анализируют их в порядке возрастания массовой концентрации. Для каждого градуировочного раствора регистрируют по две электрофореграммы. Пример электрофореграммы градуировочного раствора смеси макроэлементов представлен на рис. 1 приложения Б.

Обрабатывают электрофореграммы согласно процедуре градуировки в соответствии с Руководством пользователя программного обеспечения прибора.

Устанавливают градуировочную характеристику в виде линейной зависимости оптического поглощения соответствующего макроэлемента от его массовой концентрации в градуировочном растворе смеси макроэлементов, которая должна проходить через 0.

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

Градуировочные характеристики признаются приемлемыми, если соблюдаются следующее требование: коэффициент корреляции должен быть не менее 0,9.

При несоблюдении требования находят причины несоответствия и устраняют их, после чего градуировку прибора проводят повторно.

При замене капилляра, после проведения ремонта или длительного простоя прибора (более 14 сут), при смене партии хотя бы одного из компонентов буферного раствора, при изменении хотя бы одного из параметров или характеристик прибора (см. 8.4.1), а также при получении неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 8.4.3.2) градуировку прибора проводят заново.

8.4.3.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Стабильность градуировочной характеристики контролируют перед началом анализа проб после промывания капилляра в соответствии с 8.4.2.2, используя в качестве контрольного образца раствор, содержащий определяемые макроэлементы в концентрациях, соответствующих середине диапазонов градуировочных характеристик (см. 8.3.5.5).

Контрольный образец анализируют при заданных параметрах прибора по 8.4.1.

Используя градуировочную характеристику (см. 8.4.3.1), устанавливают значение массовой концентрации конкретного макроэлемента в контрольном образце C_k , мг/дм³.

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении условия

$$|C_k - C_0| \leq 0,01 \cdot G \cdot C_0, \quad (7)$$

где C_k – установленное значение массовой концентрации конкретного макроэлемента, мг/дм³;

C_0 – действительная массовая концентрация конкретного макроэлемента в контрольном растворе, использованном для контроля стабильности градуировочной характеристики, мг/дм³;

G – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, %, рассчитываемый по формуле

$$G = 0,8 \cdot \delta, \quad (8)$$

где δ – границы относительной погрешности, %, (см. таблицу 2).

8.4.4 Порядок выполнения измерений

8.4.4.1 Промывают капилляр в соответствии с требованиями 8.4.2.3.

8.4.4.2 В пробирку Эппендорф вместимостью 1,5 см³ помещают пипеточным дозатором 0,9 см³ экстракта пробы приготовленного по 8.3.6. У пробирки Эппендорф отрезают крышку. Пробирку помещают в систему капиллярного электрофореза и проводят измерения при условиях, указанных в 8.4.1.

На полученной электрофореграмме проверяют правильность автоматической разметки пиков, и, если необходимо, корректируют её. Используя программное обеспечение, проводят идентификацию макроэлементов в экстракте пробы по совпадению времени миграции макроэлементов в экстракте пробы и градуировочной смеси при ширине окна идентификации 5 %.

Рассчитывают массовые концентрации обнаруженных макроэлементов с использованием градуировочной характеристики, установленной по 8.4.3.1, с помощью программного обеспечения прибора.

8.4.4.3 При сомнении в идентификации макроэлемента используют метод добавок.

В пробирку Эппендорф с анализируемым водным экстрактом пробы пипеточным дозатором добавляют 15 мм³ ГСО водного раствора предполагаемого макроэлемента. Пробирку Эппендорф помещают в систему капиллярного электрофореза и проводят анализ при условиях, указанных в 8.4.1.

Если на полученной электрофореграмме высота пика увеличилась, то макроэлемент идентифицирован правильно, если появился новый пик, то макроэлемент идентифицирован неверно.

8.5 Обработка результатов

8.5.1 Массовая доля конкретного макроэлемента в изделиях C , %, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{C_{\text{э}} \cdot V}{m \cdot 10000} \quad , \quad (9)$$

где $C_{\text{э}}$ – массовая концентрация данного макроэлемента в водном экстракте пробы, мг/дм³

V – объем воды, взятый для приготовления раствора анализируемой пробы, см³ ($V = 50$ см³);

m – масса анализируемой пробы, г;

10000 – коэффициент пересчета от содержания макроэлементов в мг/дм³ к массовой доле макроэлементов в %.

8.5.2 За окончательный результат определения массовой доли конкретного макроэлемента в кондитерских изделиях принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$|C_1 - C_2| \leq 0,01 \cdot r_{\text{отн}} \cdot C_{\text{ср}} \quad , \quad (10)$$

где C_1 и C_2 – результаты двух параллельных определений, %;

$r_{\text{отн}}$ – предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 2, %;

$C_{\text{ср}}$ – среднеарифметическое значение C_1 и C_2 , %.

8.5.3 Результат определения содержания конкретного макроэлемента представляют в виде

$$(C_{\text{ср}} \pm \Delta) \% \text{ при } P = 0,95 \quad , \quad (11)$$

где $C_{\text{ср}}$ – среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли макроэлемента, %;

Δ – значение абсолютной погрешности определения массовой доли макроэлементов, %, которое рассчитывается по формуле

$$\Delta = \delta \cdot 0,01 \cdot C_{\text{ср}} \quad , \quad (12)$$

где δ – границы относительной погрешности, %, (см. таблица 2).

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности измерений, содержащее не более двух значащих цифр.

Настоящий метод выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений в диапазонах и с показателем точности и пределами повторяемости и воспроизводимости при $P = 0,95$, приведенными в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 - Метрологические характеристики определения макроэлементов

Наименование макроэлемента	Диапазон измерений массовой доли макроэлемента, %	Предел повторяемости (сходимости) ($n = 2$), $P = 0,95$ $r_{отн}, \%$	Предел воспроизводимости (сходимости) ($m = 2$), $P = 0,95$ $R_{отн}, \%$	Показатель точности (границы относительной погрешности), $P = 0,95$, $\pm \delta, \%$
Калий	0,005 – 0,5	4	7	5
Магний	0,002 – 0,25	22	34	24
Натрий	0,003 – 0,3	4	8	6
Кальций	0,004 – 0,3	16	26	18

При возникновении разногласий в оценке качества продукции за окончательный результат принимают среднеарифметическое значение не менее четырех параллельных определений (ГОСТ ИСО 5725-6).

8.6. Контроль точности результатов измерений

Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6–2003 (подраздел 6.2).

9 Расчет массовой доли фруктового сырья

9.1 Сущность метода

Метод определения массовой доли фруктового сырья основан на определении массовых долей яблочной кислоты, калия и магния в исследуемых образцах кондитерских изделий или используемого фруктового (ягодного) сырья и последующем расчете массовой доли фруктового сырья. Если количество яблочной кислоты и/или суммы калия и магния равно нулю, то фруктовое сырье в изделии отсутствует, и расчет массовой доли фруктового сырья не проводится.

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

9.2 Определение массовой доли яблочной кислоты в изделии осуществляют по 8.

9.3 Массовую долю калия и массовую долю магния в изделии определяют по 9.

9.4 Расчет массовой доли фруктового сырья в изделиях возможен только при одновременном присутствии в исследуемых образцах калия, магния и яблочной кислоты.

При исследовании фруктового (ягодного) сырья и/или овощного сырья, не входящего в область применения данного ГОСТ, расчет массовой доли фруктового сырья также не проводится.

9.5 Для обеспечения заданного количества фруктового сырья в кондитерских изделиях рекомендуется осуществлять входной контроль фруктового сырья по содержанию яблочной кислоты, калия и магния.

Массовая доля яблочной кислоты во фруктовом (ягодном) сырье приемлемого качества должна быть не менее 0,38 %, а массовая доля суммы калия и магния – не менее 0,12 %.

9.6 Массовую долю фруктового сырья в изделиях в пересчёте на яблочное пюре $M_{фр.с}$, %, рассчитывают по формуле

$$M_{фр.с} = 197 \cdot P_{я} + 210 \cdot P_{M} \quad , \quad (13)$$

где $P_{я}$ – массовая доля яблочной кислоты в изделии, %;

197 – константа критерия яблочной кислоты;

210 – константа критерия суммы калия и магния.

P_{M} – массовая доля суммы калия и магния в изделии, %, которое рассчитывается по формуле

$$P_{M} = C_{K} + C_{Mg} \quad , \quad (14)$$

где C_{K} - массовая доля калия в изделии, %;

C_{Mg} - массовая доля магния в изделии, %.

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

Массовая доля фруктового сырья в продукте должна быть в соответствии с расчетным содержанием по рецептуре с учетом допускаемых отклонений, указанных в рецептурах кондитерских изделий или технологических инструкциях.

9.7 Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

9.8 Результат вычислений массовой доли фруктового сырья представляют в виде

$$(M_{\text{фр.с.}} \pm \Delta) \% \text{ при } P = 0,95 \quad , \quad (15)$$

где $M_{\text{фр.с.}}$ - массовая доля фруктового сырья в изделии в пересчете на яблочное пюре, %;

Δ – значение абсолютной погрешности определения массовой доли фруктового сырья, %, которое рассчитывается по формуле

$$\Delta = \delta \cdot 0,01 \cdot M_{\text{фр.с.}} \quad , \quad (16)$$

где δ – границы относительной погрешности, %, (см. таблицу 3).

Числовое значение результата вычислений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности вычислений, содержащее не более двух значащих цифр.

Настоящий метод обеспечивает получение результатов измерений в диапазонах и с показателем точности и пределами повторяемости и воспроизводимости при $P = 0,95$, приведенными в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 – Метрологические характеристики определения массовой доли фруктового сырья

Диапазон измерений массовой доли фруктового сырья, %	Предел повторяемости (сходимости) ($n = 2$), $P = 0,95$, $r_{\text{отн}}$, %	Предел воспроизводимости ($m = 2$), $P = 0,95$, $R_{\text{отн}}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности), $P=0,95$, $\pm\delta$, %
0,8 - 100	18,0	20,1	14,2

Приложение А
(справочное)

Пример типовой электрофореграммы градуировочного
раствора органических кислот

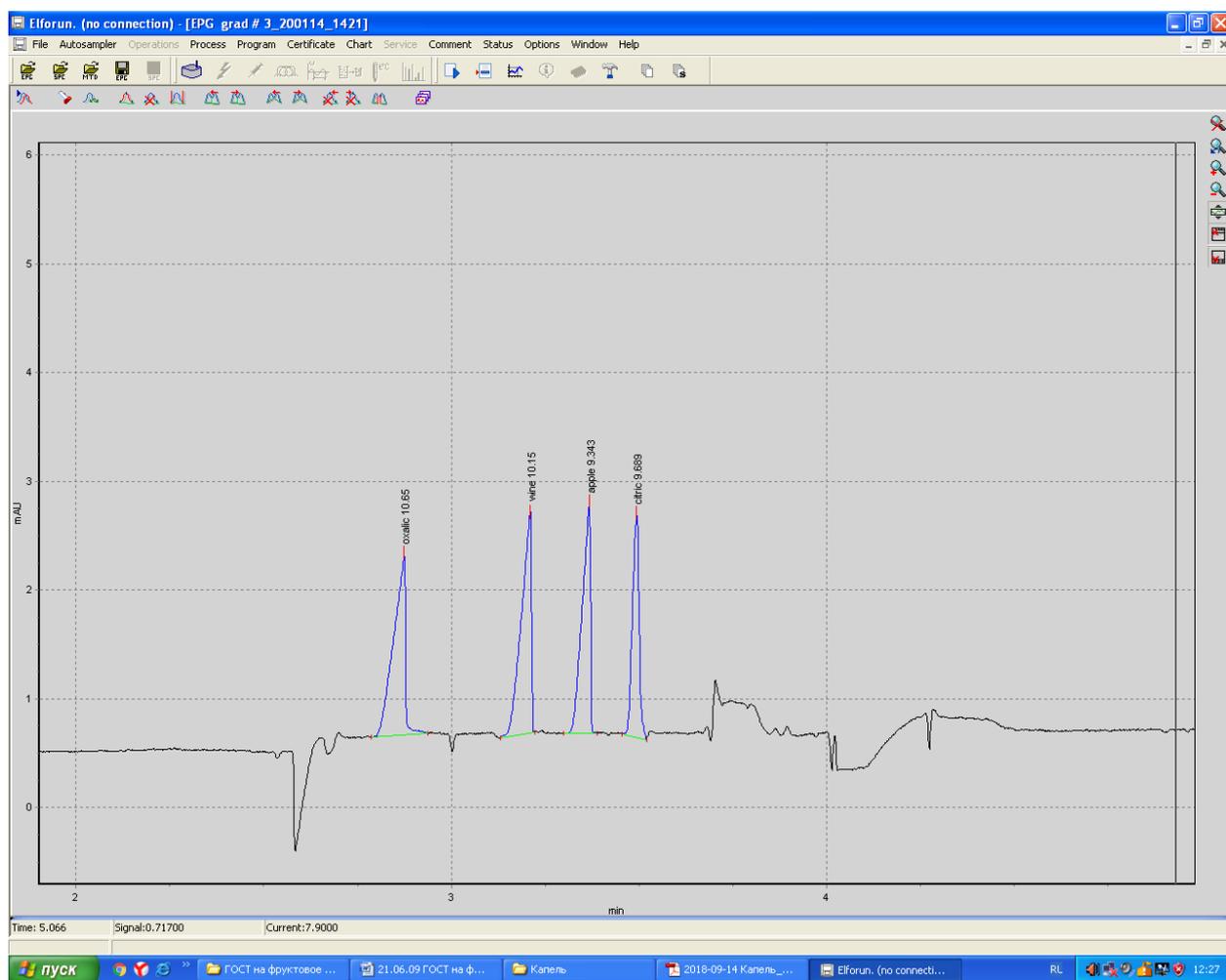


Рисунок А.1 – Электрофореграмма градуировочного раствора смеси органических кислот концентрацией каждой кислоты 10 мг/дм³

Приложение Б
(справочное)

Пример типовой электрофореграммы градуировочного раствора смеси макроэлементов

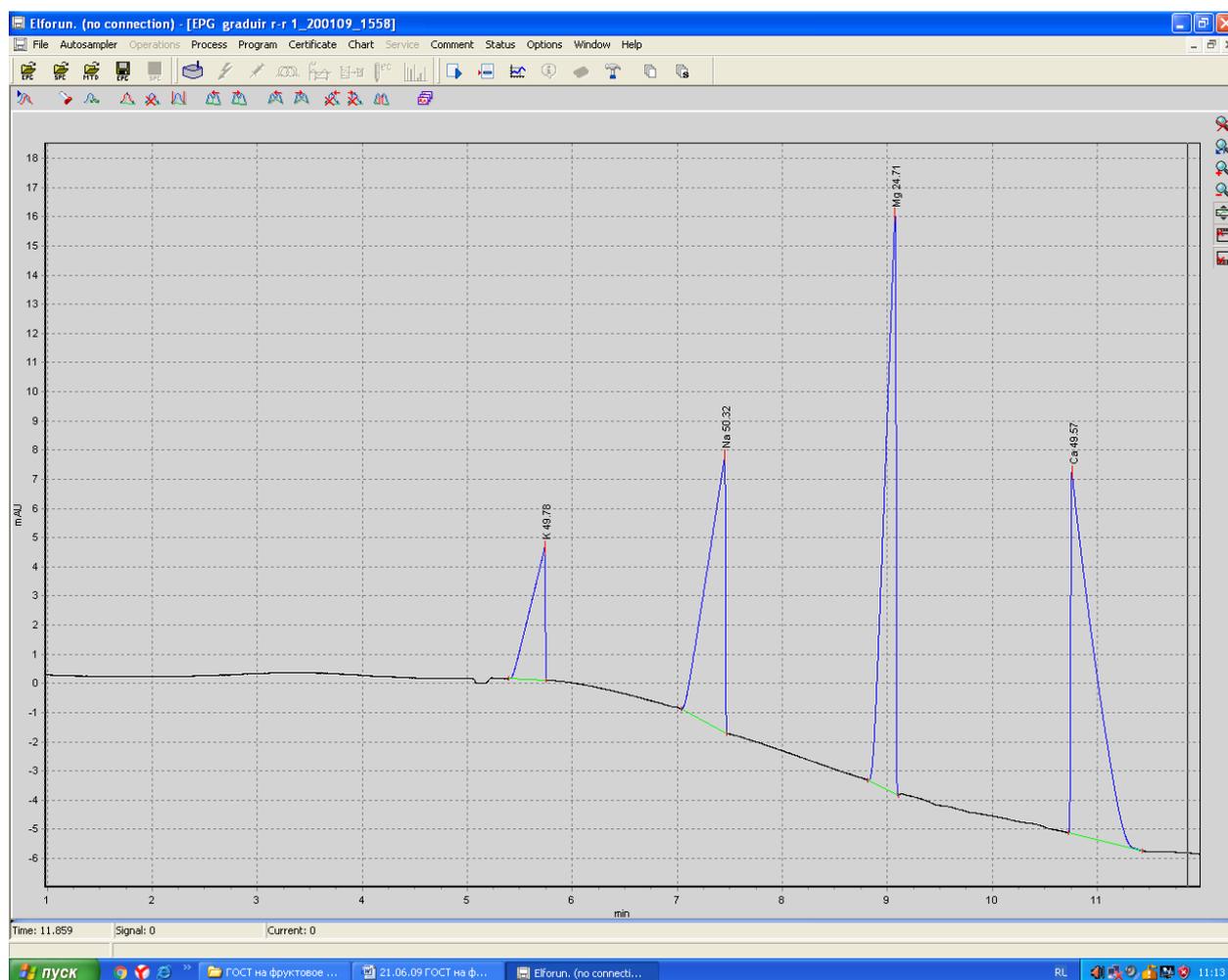


Рисунок Б.1 – Электрофореграмма градуировочного раствора смеси макроэлементов

ГОСТ
(проект, RU, первая редакция)

УДК 664.14:543.06:006.35

МКС 67.180.10

Ключевые слова: изделия кондитерские, массовая доля фруктового сырья, фруктовое сырье, органические кислоты, макроэлементы, мармелад, зефир, пастильные изделия, капиллярный электрофорез
